

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

**Studium problematiky chování geopolymerních
materiálů ve vodném prostředí**

**The study of geopolymer materials behaviour in water
phase**

Liberec 2012

Romana Špačková



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: B2341 Strojírenství
Studijní obor: 3911R018 Materiály a technologie
Zaměření: Materiálové inženýrství

**Studium problematiky chování geopolymerních
materiálů ve vodném prostředí**

**The study of geopolymer materials behaviour
in water phase**

KMT-B-193

Romana Špačková

Vedoucí práce: doc. Ing. Dora Kroisová, Ph.D.
Konzultant: Ing. Nguyen Thang Xiem

Rozsah práce:

počet stran textu: 51
počet obrázků: 33
počet tabulek: 17
počet grafů: 10
počet příloh: 3

Datum: 4.1.2012



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta strojní

Katedra materiálů

Studijní rok: 2011/2012

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Jméno a příjmení:	Romana Špačková
Studijní program:	2341 B Strojírenství
Obor:	Materiály a technologie
Zaměření:	Materiálové inženýrství

Ve smyslu zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách se Vám určuje bakalářská práce na téma:

Studium problematiky chování geopolymerních materiálů ve vodném prostředí

Zásady pro vypracování:

(uveďte hlavní cíle bakalářské práce a doporučené metody pro vypracování)

1. Seznamte se s vlastnostmi geopolymerních materiálů a možnostmi jejich využití.
2. Připravte vzorky a navrhňte vhodný způsob k hodnocení jejich chování ve vodném prostředí.
3. Popište a zhodnoťte získané výsledky.
4. Zformulujte závěry.

Forma zpracování bakalářské práce:

- průvodní zpráva v rozsahu 25 - 40 stran
- přílohy

Seznam literatury (uved'te doporučenou odbornou literaturu):

- [1] DAVIDOVITS, J. 30 Years of Successes and Failures in Geopolymer Applications. Market Trends and Potential Breakthroughs. Geopolymer 2002 Conference, October 28-29 2002, Melbourne, Australia
- [2] DAVIDOVITS, J. DAVIDOVITS, M. Composite Materials with Geopolymer Matrix. Geopolymer '88, Vol. 2, pp. 325-337.
- [3] DAVIDOVITS, J. Geopolymer of Chemistry and Properties. Geopolymer '88, Vol. 1, pp. 25-48
- [4] DAVIDOVITS, J. Geopolymer of geopolymeric systems, terminology. Géopolymère'99 Proceedings, pp. 9-40
- [5] JASZICEK, M. Hodnocení fyzikálních vlastností kompozitních systémů s geopolymerní maticí. Diplomová práce TUL, 2009.
- [6] HUNG, T. D., LOUDA, P., KROISOVÁ, D., BORTNOVSKY, O., BEZUCHA, P. Mechanical Properties of Geopolymer Composite Systems Curing at Ambient Condition. In: 16th International Conference on Structure and Structure Mechanics of Textile Fabrics, Faculty of Textile Engineering, TUL, Liberec, 3-4 December 2009.

Vedoucí bakalářské práce:	doc. Ing. Dora Kroisová, Ph.D.
Konzultant bakalářské práce:	Ing. Nguyen Thang Xiem

L.S.

prof. Ing. Petr LOUDA, CSc.
vedoucí katedry

doc. Ing. Miroslav MALÝ, CSc.
děkan

V Liberci dne 1. 11. 2011

ANOTACE

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA STROJNÍ: KATEDRA MATERIÁLU

Studijní program: 2341 B – Strojírenství
Obor: 3911R018 Materiály a technologie
Zaměření: Materiálové inženýrství
Bakalář: Romana Špačková
Číslo BP: KMT-B-193
Vedoucí práce: doc. Ing. Dora Kroisová, Ph.D.
Konzultant: Ing. Nguyen Thang Xiem,

Téma: **Studium problematiky chování geopolymerních materiálů ve vodném prostředí**
The study of geopolymer materials behaviour in water phase

ANOTACE:

Tato bakalářská práce se zabývá studiem problematiky chování geopolymerních materiálů ve vodném prostředí. Ze získaných měření a jejich následných vyhodnoceních bude zjištěn podíl vyluhovatelných částí z daného geopolymerního materiálu konkrétního složení, který je vytvrzován po různou dobu. Z těchto experimentů bude možné vyvodit minimální dobu nutnou k vytvrzování geopolymery, aby mohl být následně vystaven působení vodného prostředí.

ABSTRACT:

This thesis deals with the study of geopolymer materials behaviour in water phase. The obtained measurements and subsequent evaluations will be found to share part of the extractable geopolymer material particularly composition which is cured during different time. Minimum time necessary for hardening of geopolymer subsequently exposed to an aqueous environment is possible to find these experiments.

KLÍČOVÁ SLOVA

Geopolymer
Vodné prostředí
Geopolymerní kompozit
Proces geopolymery

KEY WORDS

Geopolymer
Water phase
Geopolymer composite
Process of Geopolymerization

PROHLÁŠENÍ

Byla jsem seznámena s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědoma povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Bakalářskou práci jsem vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím bakalářské práce a konzultanty.

Datum:

Podpis:

Poděkování:

Srdečně děkuji doc. Ing. Doře Kroisové, Ph.D. za veškerou její pomoc, podporu, ochotu a trpělivost při tvorbě této práce. Mé poděkování patří také Ing. Nguyen Thang Xiemovi za cenné pokyny a čas, který mi věnoval při práci v laboratořích. A ráda bych poděkovala i Ing. Pavlu Kejzlarovi.

Přehled použitých symbolů a zkratek

H₂O	<i>ang. water</i>	Voda
Al₂O₃	<i>ang. aluminium oxide</i>	Oxid hlinitý (korund)
KOH	<i>ang. potassium hydroxide</i>	Hydroxid draselnatý
NaOH	<i>ang. sodium hydroxide</i>	Hydroxid sodný
Fe₂O₃	<i>ang. iron oxide</i>	Oxid železitý
TiO₂	<i>ang. titanium dioxide</i>	Oxid titaničitý
K₂O	<i>ang. potasium oxide</i>	Oxid draselný
Na₂O	<i>ang. sodium oxide</i>	Oxid sodný
CaO	<i>ang. kalcium oxide</i>	Oxid vápenatý
MgO	<i>ang. magnesium oxide</i>	Oxid hořečnatý
SiO₂	<i>ang. silicium oxide</i>	Oxid křemičitý
PS	<i>ang. solysialate</i>	Polysialát
PSS	<i>ang. poly (sialate-siloxo)</i>	Poly (siloxo-sialát)
SEM	<i>ang. scanning electron microscopy</i>	Skenovací elektronová mikroskopie
EDX	<i>ang. energy-dispersive X-ray spectroscopy</i>	Energicko-disperzní X-ray spektroskopie
T [°C]	<i>ang. celsius temperature</i>	Teplota Celsia
m [g]	<i>ang. weight</i>	Hmotnost
t [h]	<i>ang. time</i>	Čas

OBSAH

1. ÚVOD.....	11
2. TEORETICKÁ ČÁST.....	13
2.1. Geopolymer.....	13
2.2. Vytvrzování geopolymery, geopolymerizace	14
2.3. Struktura geopolymery	15
2.4. Kompozity s geopolymerní maticí.....	16
2.5. Aplikace geopolymery v průmyslu	17
3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	21
3.1. Volba složení vzorků	21
3.1.1. Chemické složení plniva A111	21
3.2. Formy - druhy, použití.....	22
3.2.1. Malá válcová forma	23
3.2.2. Velká válcová forma.....	23
3.3. Technologie výroby vzorků	23
3.3.1. Postup přípravy geopolymerní matic (BAUCIS)	23
3.3.2. Postup přípravy geopolymerního kompozitu.....	24
3.3.2.1. Výsledné složení geopolymerního kompozitu	24
3.3.3. Formování geopolymerního kompozitu	25
3.3.4. Vytvrzování geopolymerního kompozitu	25
3.4. Popis hodnocení procesu vyluhovatelnosti.....	26
3.4.1. Porovnávací vzorky	28
3.4.2. Sušení vodního skla (aktivátor pro BAUCIS)	28
3.5. Výsledky	29
3.5.1. Výsledky hodnocení jednotlivých sérií vzorků	29
3.5.2. Výsledky sušení vodního skla (aktivátor pro BAUCIS).....	31
3.5.3. Výsledky hodnocení porovnávacích vzorků.....	31
4. DISKUSE A SHRUTÍ VÝLEDKŮ.....	32
4.1. 1. série.....	32
4.1.1. Průběh sušení vzorků 1. série v závislosti hmotnosti na čase.....	32
4.1.2. SEM a EDX rozbor vysušených vzorků 1. série	32

4.2. 2. série	33
4.2.1. Průběh sušení vzorků 2. série v závislosti hmotnosti na čase	33
4.2.2. SEM a EDX rozbor vysušených vzorků 2. série	34
4.3. 3. série	35
4.3.1. Průběh sušení vzorků 3. série v závislosti hmotnosti na čase	35
4.3.2. SEM a EDX rozbor vysušených vzorků 3. série	36
4.4. 4. série	37
4.4.1. Průběh sušení vzorků 4. série v závislosti hmotnosti na čase	37
4.4.2. SEM a EDX rozbor vysušených vzorků 4. série	37
4.5. 5. série	38
4.5.1. Průběh sušení vzorků 5. série v závislosti hmotnosti na čase	38
4.5.2. SEM a EDX rozbor vysušených vzorků 5. série	39
4.6. 6. série	40
4.6.1. Průběh sušení vzorků 6. série v závislosti hmotnosti na čase	40
4.6.2. SEM a EDX rozbor vysušených vzorků 6. série	40
4.7. Porovnávací vzorky	41
4.7.1. SEM a EDX porovnávacích vzorků	41
5. ZÁVĚR	43
6. SEZNAM OBRÁZKŮ A TABULEK	46
6.1. Obrázky	46
6.2. Tabulky	47
6.3. Grafy	48
7. POUŽITÁ LITERATURA	49
8. PŘÍLOHY	50
8.1. SEM a EDX vytvrzeného BAUCISu při 60° C	50
8.2. SEM a EDX plniva A111	51
8.3. Rozvrh experimentu	51

1. Úvod

Geopolymery jsou relativně nové materiály, které jsou v mnoha oblastech dosud neprozkoumány. Když Francii zasáhly mohutné požáry v průmyslových podnicích mezi léty 1970 až 1973, tak se objevila potřeba využití nových tepelně odolných, nehořlavých materiálů s hlavními vlastnostmi plastů (relativně nízká hustota, dobrá pevnost a nízká cena) [1, 2].

Název geopolymer byl poprvé použit pro tento druh materiálu *Josephem Davidovitem* v roce 1978. Ten přichází po důkladném zkoumání syntézy fenolických plastů a také zeolitů s nápadem použít tyto minerály k výrobě nové skupiny minerálních pojiv podobných polymerům. Výsledkem byly amorfni nebo částečně krystalické třírozměrné struktury hlinitokřemičitanu. Podobný materiál byl však vyvíjen již v Sovětském svazu od roku 1950 pod názvem *gruntocementy* [2, 3].

Procesy pro výrobu geopolymérů jsou charakteristické teplotami pod 150°C a normálním tlakem, přítomností zkondenzovaných alkálií a vysokými hodnotami pH. K výrobě geopolymérů není tedy potřeba tak vysoká teplota, jako při výrobě keramického materiálu. Geopolymerní materiály vznikají polykondenzací podobně jako organické polymery [1, 2].

Geopolymerní materiály, které jsou často hodnoceny jako materiály nové generace a jsou užívány buď jako čisté nebo jako matrice kompozitů, nachází využití v různých oblastech průmyslu. Čistý materiál se využívá k zapouzdření jedovatých chemikálií a radioaktivního odpadu. Přidává se jako pojivo do speciálních betonů nebo forem k odlévání termoplastů. Také se používají jako matrice kompozitu k výrobě forem a nástrojů ve zpracovatelském průmyslu hliníku. Mnoho dalších aplikací by se dalo najít v automobilovém průmyslu, průmyslu neželezných kovů a slévárenství, leteckém a kosmickém průmyslu, ve stavebnictví, nakládání s odpady ale i v umění a dekoracích atd. [1, 2].

Tab. 1. Základní obecné vlastnosti geopolymérů [1].

Hustota	1500	[kg/m ³]
Modul pružnosti	14	[GPa]
Mez pevnosti v ohybu	130	[MPa]
Teplotní odolnost	1000	[°C]
Cena	2	[\$ /kg]

Tématem této práce je *studium problematiky chování geopolymerních materiálů ve vodném prostředí*. Ze získaných měření a jejich následných vyhodnocení bude zjištěn podíl vyluhovatelných částí z daného geopolymerního materiálu konkrétního složení, který je vytvrzován po různou dobu. Z těchto experimentů bude možné vyvodit minimální dobu nutnou k vytvrzování geopolymery, aby mohl být následně vystaven působení vodného prostředí.

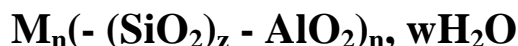
2. Teoretická část

2.1. Geopolymer

Název "geopolymer" byl navržen tvůrci materiálu, který je založený na hlinitokřemičitanech jako polysialát (ang. polysialate) [2].

Geopolymer je výraz pro všechny anorganické polymerní materiály, které jsou připravovány z hlinitokřemičitanových materiálů jejich geopolymerací v zásaditém prostředí za normální teploty a tlaku. Při geopolymerizaci vznikají polymerní vazby Si-O-Al-O. Sialáty se skládají z tetraedrů SiO_4 a AlO_4 se střídavě spojenými atomy kyslíku, dohromady tvořící tzv. síť. Síť musí obsahovat ionty s kladnými náboji, jako jsou Na^+ , K^+ , Li^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , NH_4^+ , H_3O^+ , aby vyrovnávaly náboj iontů hliníku Al^{3+} v tetraedrické koordinaci [1, 2].

Polysialáty mají empirický vzorec:

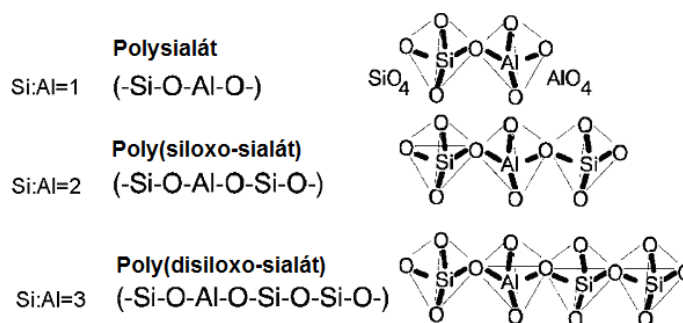


"z" je přirozené číslo (1, 2, 3, atd.),

"M" stanoví jednomocný kation, draslík nebo sodík,

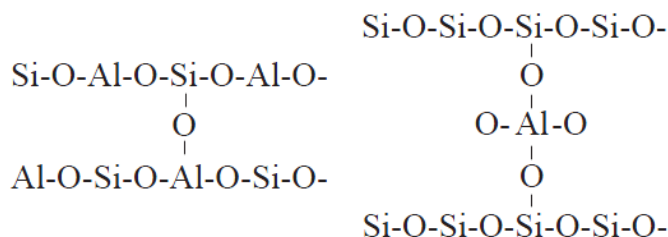
"n" představuje stupeň polymerizace [1, 2].

Rozlišujeme tři základní druhy polysialátů:



Obr. 1. Příklady polysialátů a schéma jejich molekulární struktury [1].

Polysialáty jsou řetězcovými polymery, ve kterých jsou atomy hliníku Al^{3+} a křemíku Si^{4+} v tetraedrickém uspořádání s atomy kyslíku. Jejich struktura se mění z amorfní do částečně krystalické. Mohou také vytvářet vazby mezi polymerním řetězcem, to se označuje jako síťující prvek. Zesíťování může proběhnout tehdy, když je poměr atomů křemíku a hliníku v síti geopolymery větší než 2 [1, 4].



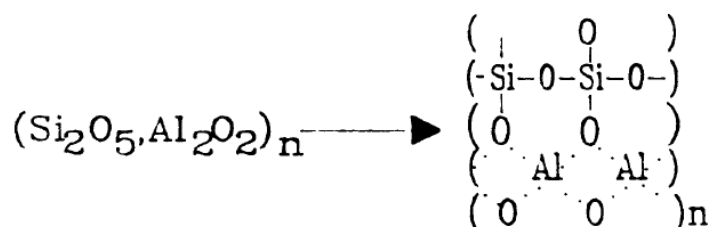
Obr. 2. Zesíťované řetězce geopolymery [4].

2.2. Vytvrzování geopolymery, geopolymery

Geopolymerní materiály podléhají polykondenzaci. Vytvrzování trvá několik hodin při teplotě 30°C, několik minut při teplotě 85°C a několik vteřin při použití mikrovln. Jedná se o materiály vyrobené za podobných podmínek jako plasty, ale s vlastnostmi podobnými keramickým materiálům [1, 2].

Jeden z hlavních mechanismů vzniku geopolymery, je chemická reakce oxidů hlinitokřemičitanů (obsahující ionty hliníku v tetraedrické koordinaci Al^{3+}) s alkálií a alkalickými polykřemičitany. Způsobují to vazby v síti typu Si-O-Al.

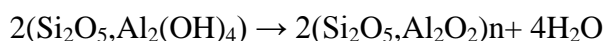
Ke zdůraznění tetraedrického uspořádání iontů hliníku se užívá zápis $(\text{Si}_2\text{O}_5, \text{Al}_2\text{O}_2)_n$ u těchto specifických oxidů hlinitokřemičitanů, které jsou prekurzorem k procesu polymerace příslušných geopolymery [1, 2].



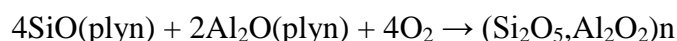
Obr. 3. Zobrazení molekulární struktury hlinitokřemičitanů užívaných jako prekurzor v procesu geopolymeryzace [1].

Výroba prekurzoru $(\text{Si}_2\text{O}_5, \text{Al}_2\text{O}_2)_n$ se provádí podle následujícího schématu:

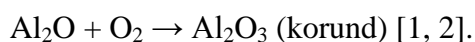
(a) vápnění hlinitokřemičitanových hydroxidů $(\text{Si}_2\text{O}_5, \text{Al}_2(\text{OH})_4)$



(b) kondenzací par SiO a Al_2O :

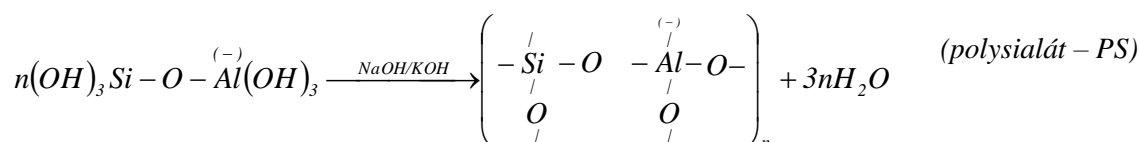
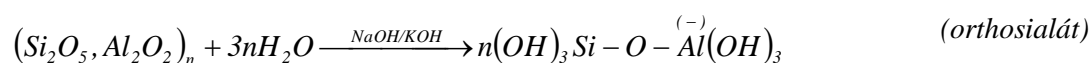


Současně při reakci vzniká:

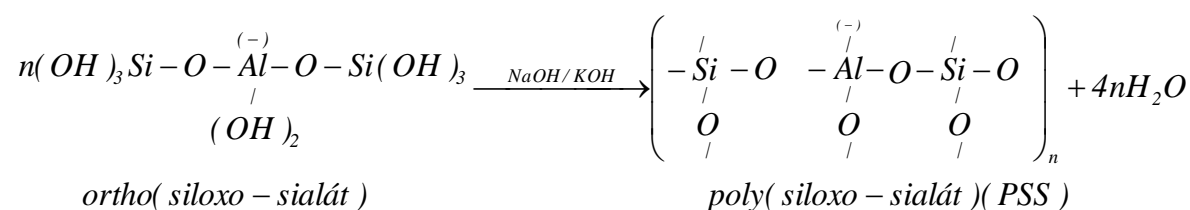
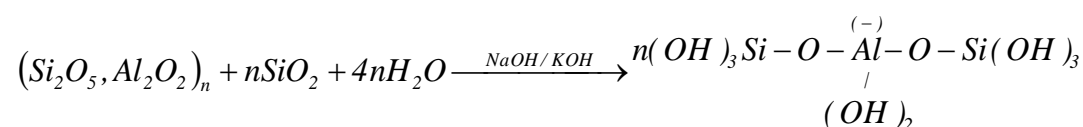


Geopolymerace je proces exotermní a probíhá podle určitého vzoru. Ten lze považovat za výsledek polykondenzací hypotetických monomerů orthosialát nebo ortho(siloxo-sialát).

Dnes se užívá nejvíce sodný polysialát ((Na)-PS), draselný polysialát ((K)-PS), sodnodraselný poly(siloxo-sialát) ((Na, K)-PSS) a také draselný poly(siloxo-sialát) ((K)-PSS) [1, 2].



Obr. 4. Chemické reakce probíhající během vzniku polysialátů [1, 2].



Obr. 5. Chemické reakce probíhající během vzniku poly (siloxo-sialátů) [1, 2].

2.3. Struktura geopolymerního

Fyzikálně-chemická struktura geopolymerního je velmi variabilní v závislosti na poměru hlavních sloučenin, původu surovin a podmínek syntézy. Výzkum v této oblasti zatím stále pokračuje [1].

Chemické složení závisí na poměru atomů Si:Al v geopolymerním řetězci, obsahu a typu alkalického aktivátoru, vody a dalších přísad používaných při výrobě geopolymerních materiálů. Má silný vliv na vlastnosti tohoto materiálu. Tyto faktory ovlivňují smrštění geopolymerního při syntéze, porositu, fyzikálně-chemickou strukturu a také vlastnosti s nimi

související, jako jsou vlastnosti tepelné, mechanické nebo tepelně-mechanické [1].

Anorganické polymerní materiály mohou být syntetizovány z různých hlinitokřemičitanů, např. přírodně se vyskytujícího metakaolinu nebo produktu průmyslové výroby jakým je např. popílek. Každá surovina má vlastní charakteristické minerální a fyzikální složení. V závislosti na použití dané suroviny se budou lišit vlastnosti konečného produktu [1].

Další vliv má užití prekurzoru. Nejenom, že určuje chemické složení, ale i tvar a fázové složení částic. Má vliv na chemický a fyzikální průběh syntézy materiálu. Výsledkem je, že vyráběný materiál může mít podobné chemické složení, ale různě odlišnou strukturu [1].

Do geopolymerní matrice jsou jako výztuž přidávány různé druhy částic. V případě prováděných experimentů bylo použito ostřívo A111.

2.4. Kompozity s geopolymerní matricí

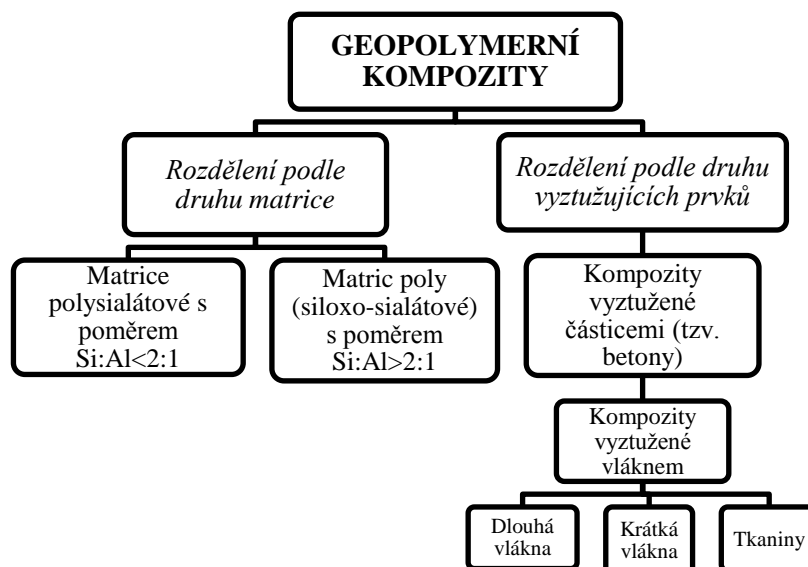
Křemičitany, vyskytující se volně v přírodě, (např. kaolin) podléhají transformaci při nízkých teplotách za krátkou dobu do prostorové třírozměrné struktury tekto-křemičitanů. Tepelné podmínky vytvrzování těchto materiálů jsou téměř shodné s podmínkami polykondenzace organických pryskyřic. Zároveň se řadí do oblasti tzv. geochemie. Tyto materiály se nazývají "geopolymery", tedy minerální polymery vzniklé procesem, který se nazývá geopolymerace nebo geosyntéza [1, 4].

Geosyntéza je založena na schopnosti hliníkových iontů (v koordinaci tetra nebo oktaedrické) způsobit krystalografické a chemické změny v síti křemičitanu, které umožňují jejich polymeraci [4].

V současnosti získaly geopolymerní materiály velkou popularitu díky nízké hustotě, malé ceně, nízké teplotě výroby a ekologickým vlastnostem. Dané vlastnosti se nemění ani za zvýšených teplot [1].

Samotné geopolymery vykazují nízké hodnoty mechanických vlastností, které jsou nedostatečné. Ale lze je použít jako matrice kompozitních materiálů spolu s vhodně vybranými vyztužujícími prvky. Přídavkem např. vyztužujících vláken nedochází ke změně samotného geopolymery dochází, ale ke zvýšení jejich mechanických vlastností, často i několikrát, aniž by došlo ke změně jejich vlastností při vyšších teplotách. Právě díky jejich nízké hustotě a poměrně snadné výrobě je jejich použití možné v mnoha moderních inženýrských aplikacích. Jednotlivé složky nemění svou identitu (tzn. vzájemně se úplně nerozpouštějí ani neslučují), přestože na své okolí působí v součinnosti [1, 5].

Geopolymerní kompozity jsme schopni rozdělit podle druhu geopolymerní matrice nebo typu vyztužujících prvků – viz obr. 6 [1].



Obr. 6. Přehled geopolymerních kompozitů [1].

Rozdíl mezi geopolymerními matricemi je dán poměrem Si:Al. Materiály mají odlišné vlastnosti, které jsou současně dány různorodostí použitých matic [1, 6].

2.5. Aplikace geopolymerního kompozitu v průmyslu

Možnost použití geopolymerních kompozitů, v různých odvětvích průmyslu, se stále zvyšuje. Do této doby byl geopolymerní kompozit aplikován například v těchto odvětvích průmyslu:

- Stavební průmysl (tepelné izolátory)
- Letecký průmysl (nehořlavé materiály)
- Jaderný průmysl (ukládání radioaktivního odpadu)
- Jako konstrukční materiál (kompozitní materiály)
- Ve slévárenství (výroba forem)
- Automobilový průmysl (nehořlavé kompozitní systémy), atd. [6].

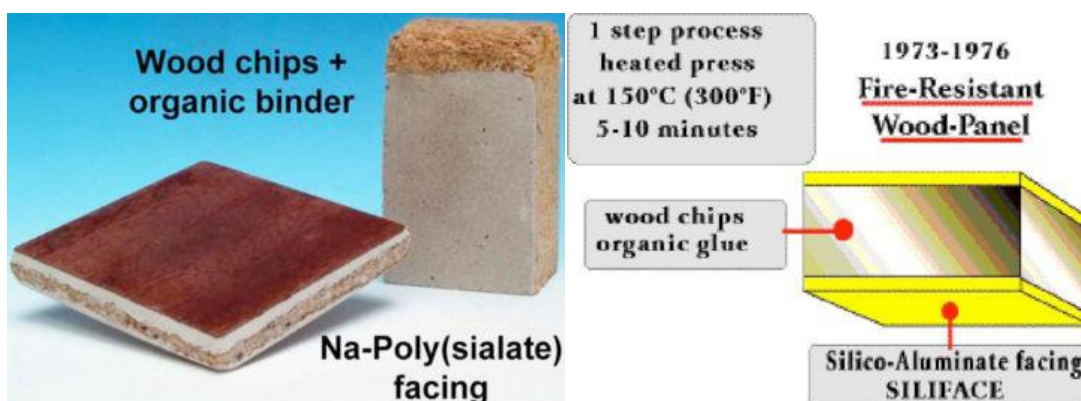
Ohni odolné dřevo-geopolymerní panely (1973-1976):

První aplikace byla použita ve stavebnictví. Jednalo se o požáru odolné dřevoštěpové desky, složené z dřevěného jádra a vnější vrstvy z geopolymerního nátěru. Tento panel byl vyroben v jednom samostatném procesu. Charakteristickým znakem bylo simultánní vyztužení (zpevnění) dřevotřísky i anorganického geopolymerního nátěru, při stejných teplotních parametrech.

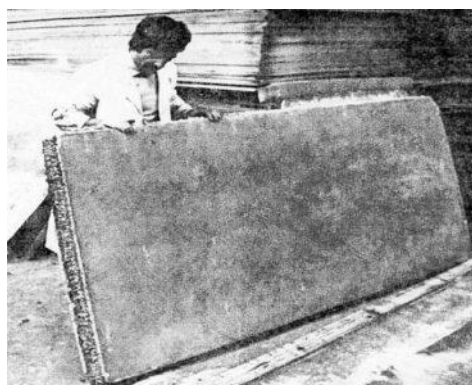
Výroba daných panelů probíhala při parametrech:

- teplota: 130°C až 200°C
- použitý hydraulický tlak 1 až 3 MPa

Panely byly vyvíjeny po dobu čtyř let. Projekt směřoval do oblasti výstavby středních a vysokých škol ve Francii. V roce 1976 byl projekt vládou zrušen [1, 6, 7].



Obr. 7. Ohni odolný dřevo-geopolymerní panel (struktura) [6].



Obr. 8. Ohni odolný dřevo-geopolymerní panel [1, 6].

Letecký průmysl:

Od roku 1986 využila francouzská společnost Dassault Aviation aeronautic geopolymer jako materiálu na nástroje a formy při vývoji nových technologií, a také při vývoji stíhacího letounu Rafale [1, 6].



Obr. 9. Francouzské stíhací letadlo Rafale [1, 6].

Pro firmu Northrop Aviation byly vyrobeny nástroje z geopolymerních kompozitů (kompozit uhlíková vlákna/SiC/geopolymer) používané při výrobě kompozitů určených pro nové tryskové bombardéry Amerických vzdušných sil [1, 6].

Do dnešní doby bylo vyrobeno mnoho nástrojů ale i jiných předmětů z geopolymerních kompozitů pro firmy z leteckého průmyslu, jako jsou: Airbus a SPF Aluminium processing [1, 6].



Obr. 10. Kompozit uhlíko-epoxidový (vlevo) hoří, zatímco kompozit uhlíkovo-geopolymerní (vpravo) stále odolává teplotě 1200°C, test odolnosti vůči vznícení [1, 6].

Automobilový průmysl:

Během sezóny Grand Prix 1994 a 1995 tým Benetton Formule 1 navrhl unikátní tepelný štít vyrobený z kompozitního geopolymeru. Všechny části z titanu byly nahrazeny v

oblasti výfuku kompozitním geopolymerem, ten odolal jak silným vibracím, tak i vysokým teplotám přes 700°C [1, 6].

Americká závodní liga C.A.R.T. (předtím tzv. Indy - Cart) v roce 1999 použila geopolymerní kompozity také při konstrukci vozů na výfukový systém, který přecházel na carbon - geopolymerní kompozitní tělo [1, 6].



Obr. 11. "The Eagle" závodní vůz, který jezdil v americké závodní lize C.A.R.T. v roce 1999 [1, 6].

Infrastruktura a aplikace ve stavebním průmyslu:

Prakticky nový a velmi zajímavý způsob aplikace geopolymerního kompozitu je na opravy nebo výztuže pro stavby z betonu, cihel a kamene. To se provádí obalením konstrukce dostatečně dlouhým vláknem, které se zajistí geopolymerní matricí. Tímto způsobem lze vyztužit různé stavby např. mosty nebo opravit budovy poškozené zemětřesením nebo hurikánem. Pro prvky nacházející se uvnitř budov, je protipožární odolnost velmi žádaná. Proto se kompozity z geopolymerního kompozitu v této oblasti dobře prosazují [1, 6].

V Evropě, kde by měly geopolymerní kompozity najít využití při rekonstrukci budov, které jsou cenným kulturním dědictvím, je požární bezpečnost hlavní prioritou [1, 6].



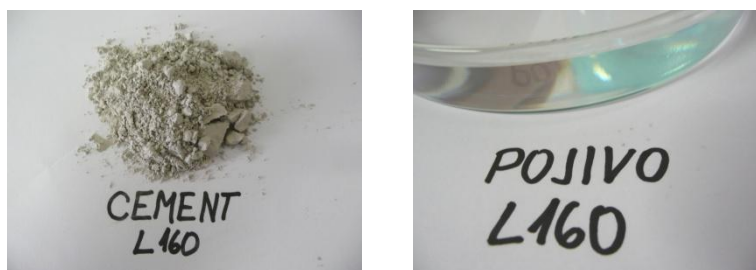
Obr. 12. Betonový nosník s uloženou vrstvou geopolymerního kompozitu na povrchu před pevnostní zkouškou [1, 6].

3. Experimentální část

3.1. Volba složení vzorků

Pro všechny prováděné experimenty byly připraveny vzorky s poměrem 60:40 (60% geopolymery a 40% plniva). Tento poměr byl volen tak, aby hmota obsahovala co nejvíce plniva A111(ostřivo) a zároveň byla dobře formovatelná bez nutnosti přidání vody.

Pojivem systému je geopolymer s obchodním označením BAUCIS L160, který vzniká spojením dvou složek. Pevnou složkou je sypký metakaolin s označením Cement L160, kapalnou složkou je vodní sklo s názvem Pojivo L160 (alkalický aktivátor).



Obr. 13. Složky BAUCISu: Cement L160 (vlevo), Pojivo L160 – alkalický aktivátor (vpravo).

Plnivem je pálený lupek pod označením A111.



Obr. 14. Ostřivo - pálený lupek A111.

3.1.1. Chemické složení plniva A111

Chemické složení plniva A111(pálený lupek) je známo od dodavatele.

Pálený Lupek A111

Zrnitost je 0 - 0,5 mm

Tab. 2. Tabulka složení a vlastností částic A111.

CHEMICKÁ ANALÝZA	TYPICKÁ ANALÝZA [%]	ROZSAH [%]		
Al ₂ O ₃	42,15	41,00	-	43,50
Fe ₂ O ₃	1,25	0,80	-	1,50
TiO ₂	1,54	1,40	-	1,70
K ₂ O	0,75	0,55	-	0,80
Na ₂ O	0,05	0,03	-	0,07
CaO	0,13	0,10	-	0,20
MgO	0,18	0,10	-	0,20
SiO ₂	53,95	55,60	-	52,10
Ztráta žíháním	0,07	0,05	-	0,15
FYZIKÁLNÍ VLASTNOSTI				
Žáruvzdornost [°C]	175	175,00	-	176,00
Nasákavost [%]	1,30	1,2	-	1,50
Objemová hmotnost [g/cm ³]	2,55	2,55	-	2,62
Teplota výpalu [°C]	1350			
Výpal	Rotační pec s předehříváčem			
MINERALOGICKÉ VLASTNOSTI (%)				
Mullit	38			
Cristobalit	5			
Křemen	3			

3.2. Formy – druhy, použití

Pro přípravu vzorků byly použity plastové formy dvou velikostí. Materiálem forem byl polypropylén. Plastové formy byly vybrány z důvodu snadné manipulace se vzorky geopolymerního materiálu (nutnost rozříznout formy pro snazší vyjímání vzorků).

3.2.1. Malá válcová forma

Rozměry formy jsou $\varnothing 12,5 \times 28,5$ mm. Vzorky sloužily pro elektronovou mikroskopii SEM a EDX.



Obr. 15. Malá válcová forma.

3.2.2. Velká válcová forma

Rozměry formy jsou $\varnothing 30 \times 50$ mm. Vzorky byly použity k samotným experimentům. K pokusu bylo potřeba celkem 32 forem. 30 forem (6 sérií po 5 vzorcích) + 2 formy na porovnávací vzorky.



Obr. 16. Velká válcová forma.

3.3. Technologie výroby vzorků

Postup výroby geopolymerního kompozitu probíhal v několika krocích a je popsán následujícím způsobem.

3.3.1. Postup přípravy geopolymerní matrice (BAUCIS)

Na váhu byla položena nádoba přiměřené velikosti. Váha byla vynulována a do nádoby byl odvážen cement (syhká směs BAUCISu). Když bylo naváženo 1389g, váha byla opět vynulována a začal se přidávat alkalický aktivátor (pojivo - kapalná část BAUCISu) dokud se na váze neobjevila hodnota 1111g. Celková hmotnost směsi byla 2500g to odpovídá 55.6

hm% pevné fázi BAUCISu a 44,4 hm% kapalná fáze. Tato směs byla míchána míchadlem po dobu cca 30 minut, dokud nebyla dokonale zhomogenizovaná.



Obr. 17. Míchání geopolymerní matrice (BAUCIS).

3.3.2. Postup přípravy geopolymerního kompozitu

Pro přípravu geopolymerního kompozitu byla použita další nádoba, do které bylo naváženo 1120g složky A111. Váha byla vynulována a do naváženého plniva A111 byla pomalu přidávána namíchaná směs geopolymerní matrice (BAUCISu), dokud se na váze neobjevila hmotnost 1680g. Celková hmotnost směsi geopolymerního kompozitu byla 2800g, to odpovídá 60 hm% geopolymerní matrice BAUCIS a 40 hm% pevné fáze ostřiva A111.

Okamžitě po navážení byla směs míchána po dobu minimálně 30 minut, dokud nebyla dokonale homogenní.



Obr. 18. Postup přípravy geopolymerního kompozitu.

3.3.2.1. Výsledné složení geopolymerního kompozitu

Tab. 3. Výsledné složení geopolymerního kompozitu.

Složka	Popis	%
BAUCIS	Pevná fáze (metakaolin)	33,3
BAUCIS*	Kapalná fáze (vodní sklo)	26,7
A111	Ostřivo	40
Suma		100

*Složka reprezentující vstupní (počáteční) vodou extrahovatelné podíly, tj. maximální teoreticky extrahovatelné množství 26,7% (bez teoretických geopolymerních kondenzačních reakcí).

3.3.3. Formování geopolymerního kompozitu

Namíchanou hmotou bylo naplněno všech 32 forem. Každá z prázdných forem byla zvážena před vlastním plněním. Poté byly naplněny a vibrovány (díky vibracím se hmota rovnoměrně rozmístila po formě a odstranila se většina nežádoucích vzduchových bublin). Následně byly vzorky zváženy, potřebné hodnoty byly zaznamenány. Poté byly vzorky ponechány při laboratorní teplotě tak, aby ztuhly.



Obr. 19. Plnění a formování geopolymerního kompozitu.



Obr. 20. Vibrační zařízení.

3.3.4. Vytvrzování geopolymerního kompozitu

Vytvrzování geopolymerního kompozitu probíhalo při laboratorní teplotě 18 až 22° a při relativní vlhkosti 60 až 70%.

Za čas vytvrzování je považována doba od zaformování - nandání směsi do forem.

30 vzorků bylo rozděleno do šesti sérií po pěti vzorcích. Každá série byla vytvrzována po různě dlouhou dobu. Tato doba je adekvátní procesu geopolymerace.

- 1. série...2 hodiny
- 2. série...6 hodin
- 3. série...10 hodin
- 4. série...14 hodin
- 5. série...24 hodin
- 6. série...28 hodin

3.4. Popis hodnocení procesu vyluhovatelnosti

Po naplnění forem, byla každá ze série vzorků ponechána při laboratorních podmínkách, aby docházelo ke zrání (k procesu geopolymerace) po určitý čas popsany v kapitole 3.3.4.

Po daném čase byla odebrána první forma z první série a celý její obsah byl pečlivě převeden do předem připravené a odvážené 2l nádoby. Když byla geopolymerní hmota převedena do nádoby, byla tato nádoba zvážena i s obsahem a množství geopolymerní hmoty bylo zaznamenáno do tabulky. Poté byla geopolymerní hmota zalita 1,5l destilované vody. Tato směs byla ponechána po dobu 24 hodin beze změny. Tímto způsobem bylo postupováno i s dalšími čtyřmi vzorky z první série.

Po 24 hodinách byla voda z první nádoby vývěvou odčerpána až po sedlinu, která se vytvořila během předchozích 24 hodin. Totéž se opakovalo i se zbylými čtyřmi vzorky první série.

Následně byla z první nádoby převedena všechna zbylá geopolymerní hmota do 2l kádinky. Pomocí odměrného válce s 1,5l destilované vody byla nádoba se zbylou hmotou co nejvíce vypláchnuta a přelita do 2l kádinky. Totéž bylo provedeno se zbylými čtyřmi vzorky z první série.

Voda v kádinkách byla přivedena k varu na elektrickém vařiči a od okamžiku, kdy se začala voda s geopolymerní hmotou vařit byla odměřena doba dvou hodin. Po uplynutí dvouhodinové doby vaření byly kádinky ochlazeny během 2 minut ve studené vodě. Poté bylo vše, co v kádinkách zbylo, převedeno zpět do příslušné 2l nádoby. Kádinky byly pečlivě vypláchnuty zbylou převařenou směsí. Následně byla celá první série ponechána, aby odstála po dobu 24 hodin. Po uplynutí této doby byla z každého vzorku první série, odčerpána zbylá tekutinu nad usazeninou pomocí vodní vývěvy. Poté byla nádoba co nejnižší nad usazeninou odříznuta a geopolymerní hmota převedena do Petriho misky, která byla předtím zvážena a váha zapsána do tabulky. Hmota v misce byla vložena do sušárny a sušena při teplotě 60°C. Totéž bylo provedeno se všemi vzorky všech sérií. Po hodině bylo

vše z každého zbytku nádoby převedeno do příslušné Petriho misky pomocí štětečku. Každá z Petriho misek byla poté zvážena s celým obsahem a hodnoty byly zaznamenány do tabulky. Měření byla opakována průběžně do doby, než byly zapsány tři po sobě jdoucí měření se shodnou hodnotou (téměř stejnou na desetiny).

Tento postup byl v časovém rozmezí pro tuhnutí vzorků popsaných v kapitole 3.3.4. aplikován na všechny vzorky 2., 3., 4., 5. a 6. série.



Obr. 21. Postup experimentu (zleva): Tuhnutí vzorků ve formách – zastavení procesu geopolymeryce převedením do vodného prostředí – odměrný válec - vyluhování ve vodě – odčerpávání vývěvou – vaření v destilované vodě – sušení – odříznutá nádoba – vysušený vzorek.

3.4.1. Porovnávací vzorky

Porovnávací vzorky byly připraveny dva. Vzorky měly stejný rozměr, postup plnění i postup vážení jako 30 vzorků pro experiment vyluhovatelnosti. Rozdíl v nich však byl takový, že po zvážení naplněných forem byly umístěny na dobu delší než 100 hodin do sušárny při teplotě 60° C. Po 100 hodinách byly vzorky vyndány z formy a váženy. Hodnoty byly zaznamenány do tabulky. Vážení bylo opakováno do doby, kdy byly získány tři po sobě jdoucí stejné hodnoty hmotnosti vzorků (na desetiny). Poté byly vzorky vyjmuty ze sušárny definitivně. Tyto vzorky slouží k porovnání hmotnosti.



Obr. 22. Porovnávací vzorky: sušárna – vzorky ve formě - vzorky v sušárně – vzorky při vážení – konstantní hmotnost vzorků.

3.4.2. Sušení vodního skla (aktivátor pro BAUCIS)

Kapalná složka BAUCISu je vodní sklo. Aby bylo zjištěno, jaký byl podíl vody, musel být proveden následující experiment:

100g kapalně složky BAUCISu bylo nalito na odváženou Petriho misku. Ta byla spolu s vodním sklem umístěna do sušárny a sušena do konstantní teploty. Po získání tří po sobě jdoucích stejných hodnot (na desetiny) je možné vypočítat, kolik vody se odpařilo.

Jediná složka obsahující vodu je právě kapalná složka BAUCISu. Při vytvrzování geopolymerního kompozitu se tato voda vypařuje což je důsledek úbytku hmotnosti.



Obr. 23. Sušení vodního skla: v sušárně – při vážení v průběhu sušení – vysušené vodní sklo.

3.5. Výsledky

Následující výsledky vyjadřují chování geopolymerních materiálů ve vodném prostředí v souladu s časovým průběhem procesu geopolymerace.

3.5.1. Výsledky hodnocení jednotlivých sérií vzorků

V následující tabulce jsou uvedeny výsledky hodnocení jednotlivých sérií vzorků vyjádřeny jako hmotnostní změny od počátečního stavu (vzorek geopolymerního materiálu ve formě) do konečného stavu (váha vzorku po vysušení).

Tab. 4. Výsledky hodnocení jednotlivých sérií vzorků.

Série	Vzorek č.	Zaformováno	Přendáno do nádoby	Hmotnost Petriho misky	Konečná hmotnost vzorků s Petriho miskou	Konečná hmotnost vzorků bez Petriho misky	Úbytková hmotnost vzorků	Úbytková hmotnost vzorků	Obsah vyloučených částic	Obsah vyloučených částic	Délka vytvrzování
		m [g]	m [g]	m[g]	m[g]	m[g]	m[g]	[%]	Red. obsah [%]	Avgr. [%]	Čas [h]
1. série	1	63,421	62,605	109,743	154,555	44,812	17,793	28,421	106,446	115,279	2
	2	63,086	62,476	105,370	148,565	43,195	19,281	30,861	115,586		
	3	63,452	62,664	110,572	153,650	43,078	19,586	31,256	117,062		
	4	63,016	62,114	108,436	150,145	41,709	20,405	32,851	123,037		
	5	64,382	63,579	110,646	154,828	44,182	19,397	30,509	114,264		
2. série	6	63,575	63,301	113,729	162,235	48,506	14,795	23,372	87,537	89,087	6
	7	64,070	63,648	113,052	161,621	48,569	15,079	23,691	88,731		
	8	63,286	62,835	105,428	153,524	48,096	14,739	23,457	87,853		
	9	64,559	64,190	104,190	152,943	48,753	15,437	24,049	90,071		
	10	64,324	63,776	114,709	162,948	48,239	15,537	24,362	91,243		
3. série	11	62,661	61,419	x	x	x	x	x	x	81,664	10
	12	63,965	63,213	124,256	173,326	49,070	14,143	22,374	83,796		
	13	64,758	64,306	126,440	176,532	50,092	14,214	22,104	82,785		
	14	64,025	60,371	124,024	171,610	47,586	12,785	21,177	79,316		
	15	63,073	62,530	108,114	157,161	49,047	13,483	21,562	80,758		
4. série	16	64,111	63,377	105,363	155,361	49,998	13,379	21,110	79,064	78,703	14
	17	64,391	63,758	108,438	159,168	50,730	13,028	20,434	76,530		
	18	64,119	63,357	109,752	159,681	49,929	13,428	21,194	79,379		
	19	64,786	64,166	110,577	161,306	50,729	13,437	20,941	78,431		
	20	63,957	63,139	110,661	160,295	49,634	13,505	21,389	80,110		
5. série	21	64,572	63,606	104,192	155,622	51,430	12,176	19,143	71,696	71,007	24
	22	64,746	63,934	105,429	157,293	51,864	12,070	18,879	70,707		
	23	64,149	63,255	113,729	165,105	51,376	11,879	18,780	70,335		
	24	65,298	64,393	113,043	165,391	52,348	12,045	18,705	70,058		
	25	63,980	63,256	114,715	165,770	51,055	12,201	19,288	72,241		
6. série	26	64,877	63,980	124,236	176,364	52,128	11,852	18,525	69,380	68,863	28
	27	65,614	64,626	108,030	160,831	52,801	11,825	18,298	68,530		
	28	63,214	62,252	126,403	177,198	50,795	11,457	18,404	68,930		
	29	65,523	64,683	124,012	176,815	52,803	11,880	18,366	68,788		
	30	65,131	64,098	106,982	159,325	52,343	11,755	18,339	68,686		

3.5.2. Výsledky sušení vodního skla (aktivátor pro BAUCIS)

Sušení trvalo něco málo přes 222 hodin (přibližně 9,5 dne).

Tab. 5. Výsledky sušení vodního skla (aktivátor pro BAUCIS).

Počáteční hmotnost	Konečná hmotnost	Úbytek hmotnosti (odpařená voda)	Úbytková hmotnost (odpařená voda)	Obsah sušiny
m [g]	m [g]	m [g]	[%]	[%]
100,017	51,956	48,061	48,053	51,947

3.5.3. Výsledky hodnocení porovnávacích vzorků

Tab. 6. Výsledky hodnocení porovnávacích vzorků.

Č. porovnávacího vzorku	Hmotnost namíchaného vzorku	Konečná hmotnost po sušení při 60° C	Úbytková hmotnost vzorku	Úbytková hmotnost vzorku	Hmotnost vodního skla ve vzorku	Obsah vody ve vodním skle ve vzorku
	m [g]	m [g]	m[g]	[%]	m[g]	m[g]
1	63,798	54,877	8,921	13,983	17,034	8,185
2	64,690	55,780	8,910	13,775	17,272	8,301

4. Diskuse a shrnutí výsledků

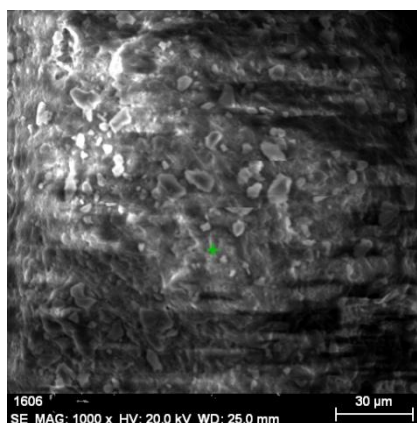
4.1. 1. série

Do 1. série patří 1., 2., 3., 4., a 5. vzorek. Vzorky 1. série byly po dvouhodinovém vytvrzování ještě značně tekuté („měly charakter blátíčka“). Vzorky hmoty bylo možné vyjmout z formy poměrně dobře, přestože ve formě zůstaly nepatrné zbytky. Po přendání a zalití 1,5l destilované vody v nádobě a následném odstátí po dobu 24 hodin, byla voda stále značně zakalená. Směs bylo možné vařit dobře bez jakýchkoliv problémů. Po dalších 24 hodinách odstátí, byla voda ještě více zakalená než před vařením. Po dekantaci bylo možné suspenzi odsát vývěvou skoro všechnu, zbylo jen nepatrné množství hmoty. To mělo za následek kratší sušení, něco málo přes 7 hodin.

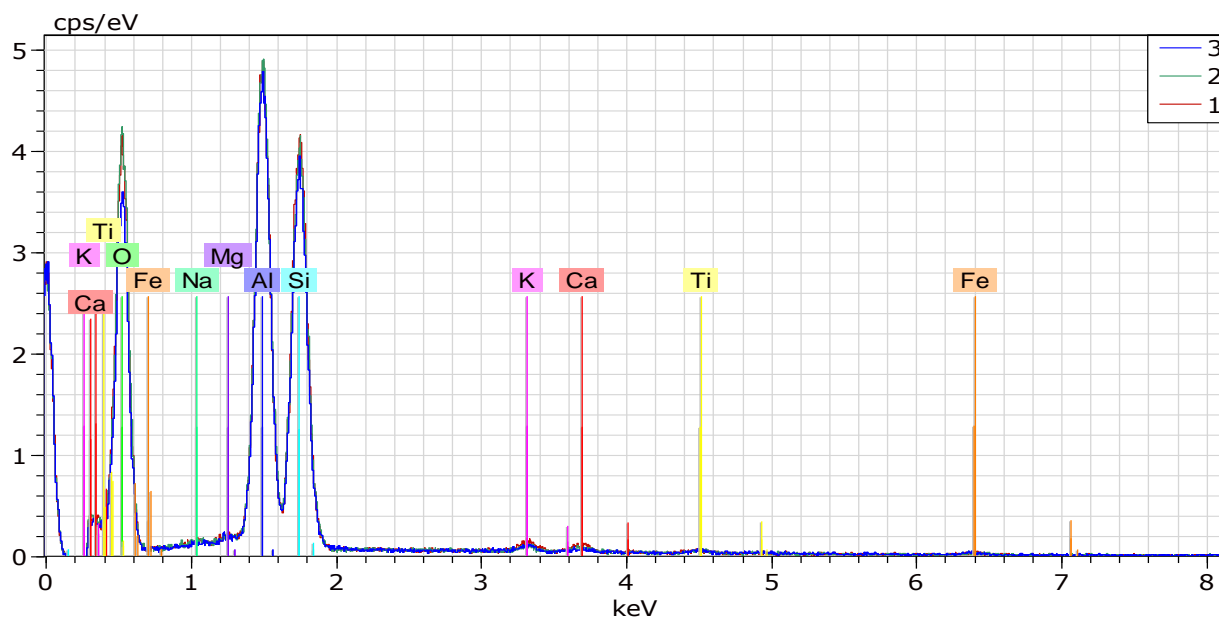
4.1.1. Průběh sušení vzorků 1. série v závislosti hmotnosti na čase

Ze začátku byl patrný značný skokový úbytek hmotnosti, ke konci sušení se čas prodlužoval a hmotnosti klesaly mírně.

4.1.2. SEM a EDX rozbor vysušených vzorků 1. série



Obr. 24. SEM vzorku geopolymery 1. série po hodnocení vyluhovatelnosti. Ze snímku je patrné, že se jednalo o nekompaktní materiál.



Graf. 1. Energetické spektrum EDX prvků vzorku 1. série.

Tab. 7. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vzorku 1. série.

Hmotnostní podíly jednotlivých prvků 1. série									
Prvek	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	Fe
ø hodnota [%]	57,80	0,82	0,69	20,96	17,77	0,52	0,37	0,41	0,67

4.2. 2. série

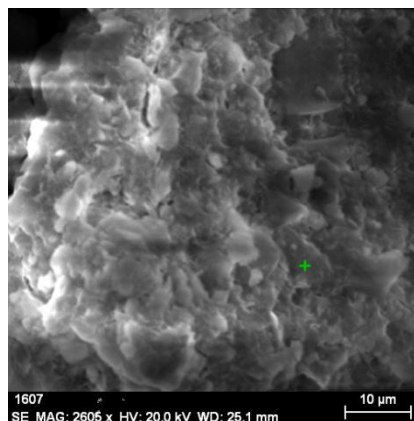
Do 2. série patří 6., 7., 8., 9. a 10. vzorek. Vzorky 2. série byly po šestihodinovém vytvrzování kompaktnější než vzorky první série, ale přesto se daly snadno mezi prsty rozdrtit. Vzorky bylo možné velmi dobře vyndat z formy. Po přendání vzorků do 2l nádoby a zalití 1,5l destilované vody a následném odstátí 24 hodin, byla voda nad usazeninou mírně zakalená. Vzorky z této série se vařily poměrně dobře bez větších problémů, ale místy byl pozorován utajený var. Po dokončení vaření a odstátí po dobu 24 hodin byla voda nad usazeninou značně zakalená.

4.2.1. Průběh sušení vzorků 2. série v závislosti hmotnosti na čase

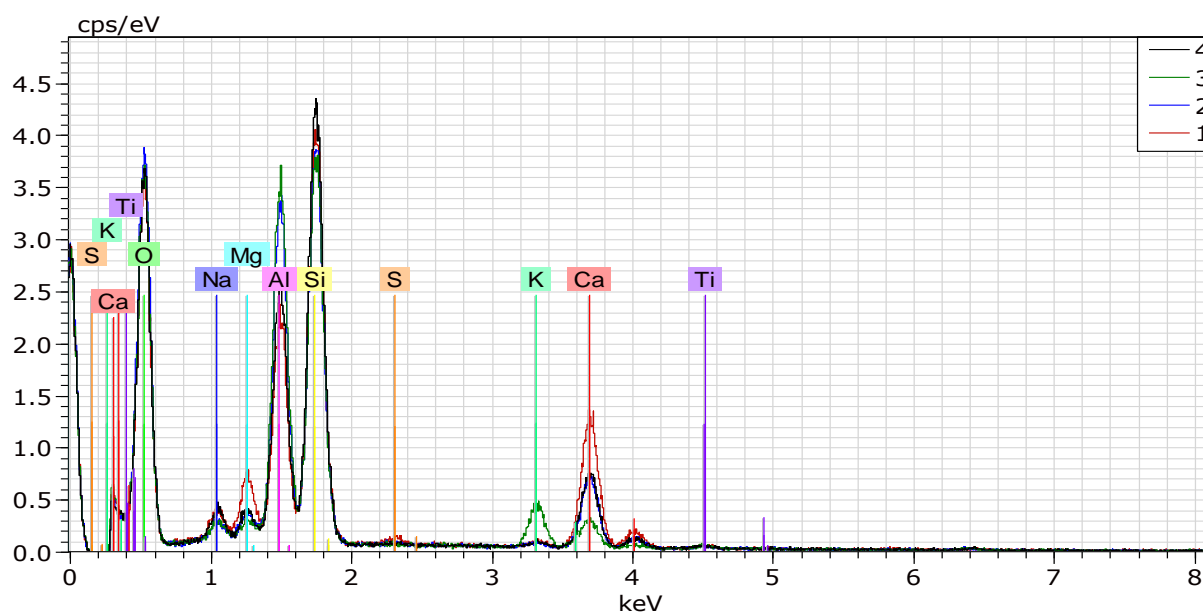
Na počátku probíhalo sušení rychle, ale s prodlužujícím se časem rychlost sušení klesala. Po 4,5 hodinách hmota schla již velmi pomalu. Sušení probíhalo poměrně dlouhou dobu, protože nebylo možno odsát tolik vody z důvodu volně se vznášejících částic těsně nad usazeninou. U některých vzorků se v průběhu sušení nepatrně zvýšila hmotnost při měření,

hlavním důvodem je značné hydroskopické chování materiálu (vyšší vlhkost vzduchu v laboratoři). Celková doba sušení byla 16 hodin.

4.2.2. SEM a EDX rozbor vysušených vzorků 2. série



Obr. 25. SEM vzorku geopolymery 2. série po hodnocení vyluhovatelnosti. Ze snímku je patrné, že se stále jednalo o víceméně nekompaktní materiál.



Graf. 2. Energetické spektrum EDX prvků vzorku 2. série.

Tab. 8. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vzorku 2. série.

Hmotnostní podíly jednotlivých prvků 2. série									
Prvek	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	S
ø hodnota [%]	50,85	2,84	2,27	15,02	19,57	1,24	7,53	0,41	0,26

4.3. 3. série

Do 3. série patří 11., 12., 13., 14. a 15. vzorek. Vzorky ve 3. sérii, vytvrzované po dobu 10 hodin, byly ztuhlé do té míry, že nešly vyndat z formy. Vzorky byly vyjmuty až po rozříznutí plastové formy, poté bylo potřeba vzorky rozdrtit kladívkem. Při rozbíjení vzorku č. 14 se i přes veškerou snahu (vzorky byly v tvrdším igelitovém pytlíku) kousek vzorku ztratil. Po zvážení daného vzorku bylo zjištěno, že celkový úbytek (vysušení a ztracený odštěpek ze vzorku) od zaformování po přendání do 2l nádoby, byl necelé 4 gramy. Po přendání všech vzorků do 2l nádoby a zalitím 1,5 l destilované vody a následném dekantování byla destilovaná voda nad usazeninou téměř průzračná. Tyto vzorky se vařily obtížně. U kádinky se vzorkem č. 11 se při vaření rozbilo dno (příčinou bylo to, že byl podceňen velice silný utajený var), což mělo za následek nenávratnou ztrátu vzorku. Z této série pokračovaly zbylé 4 vzorky v dalším postupu pokusu. Po uvaření a odstátí vzorků po dobu 24 hodin byla nad usazeninou středně zkalená voda.

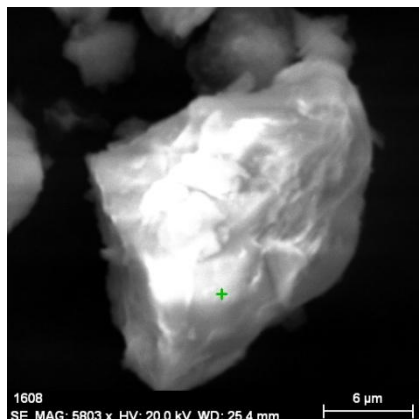


Obr. 26. Rozbíjení vzorků (vlevo); rozbitá kádinka (vpravo).

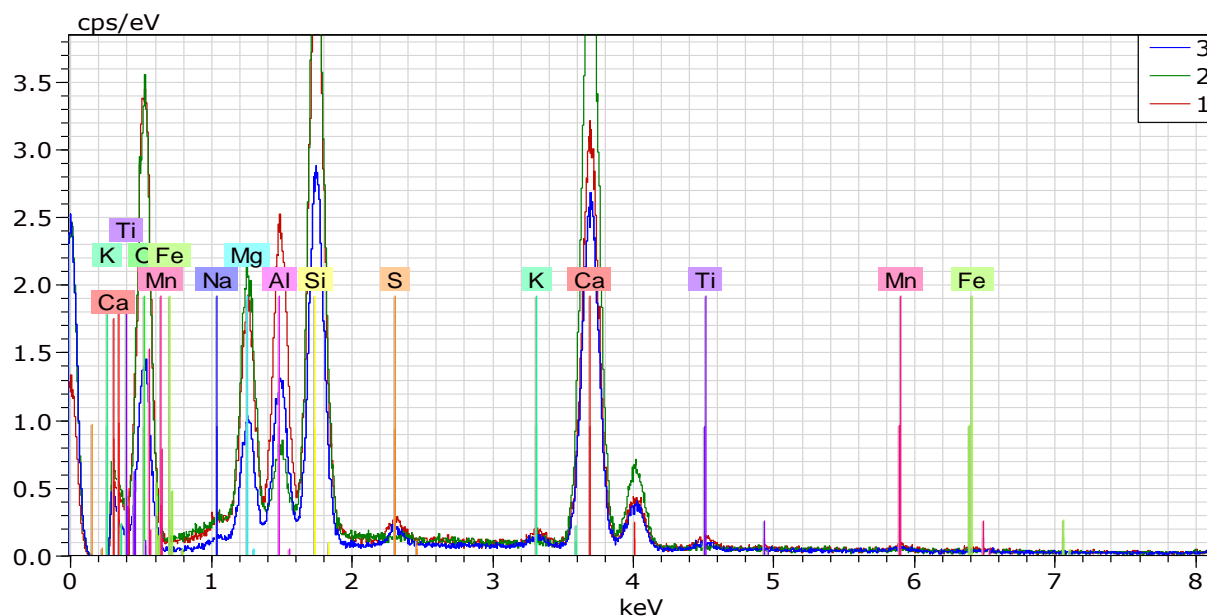
4.3.1. Průběh sušení vzorků 3. série v závislosti hmotnosti na čase

Ze začátku sušení probíhalo poměrně rychle, ke konci se s časem snižovala hmotnost mírněji. Délka sušení závisí na maximálním možném množství odsáté vody vývěvou. U některých vzorků se v průběhu sušení nepatrně zvýšila hmotnost při měření, hlavním důvodem je hyroskopické chování materiálu (vyšší vlhkost vzduchu v laboratoři). Sušení vzorků probíhalo 8,5 až 11 hodin.

4.3.2. SEM a EDX rozbor vysušených vzorků 3. série



Obr. 27. SEM vzorku geopolymerního 3. série po hodnocení vyluhovatelnosti. Ze snímku je patrné, že se již jednalo o kompaktní materiál.



Graf. 3. Energetické spektrum EDX prvků vzorku 3. série.

Tab. 9. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vzorku 3. série.

Hmotnostní podíly jednotlivých prvků 3. série											
Prvek	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	S	Mn	Fe
Ø hodnota [%]	44,32	1,09	7,06	6,14	14,17	0,47	24,85	0,46	0,57	0,54	0,32

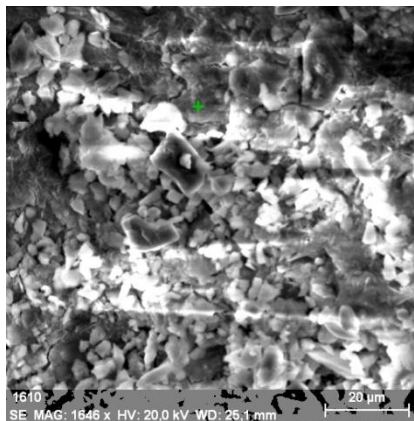
4.4. 4. série

Do 4. série patří 16., 17., 18., 19. a 20. vzorek. Vzorky ve 4. sérii, vytvrzované 14 hodin, byly ztuhlé tak, že šly velmi obtížně vyndat z formy. Po jejich pracném vyjmutí bylo potřeba vzorky rozdrtit kladívkem. Drcení vzorků bylo prováděno daleko hůře než u předchozí série. Po přendání do 2l nádoby, zalití 1,5l destilované vody a necháním 24 hodin odstát, byla voda nad usazeninou průhlednější než u předchozí série. Vzorky se vařily ještě obtížněji. Po uvaření vzorků a odstátí po dobu 24 hodin byla nad usazeninou středně zkalená voda.

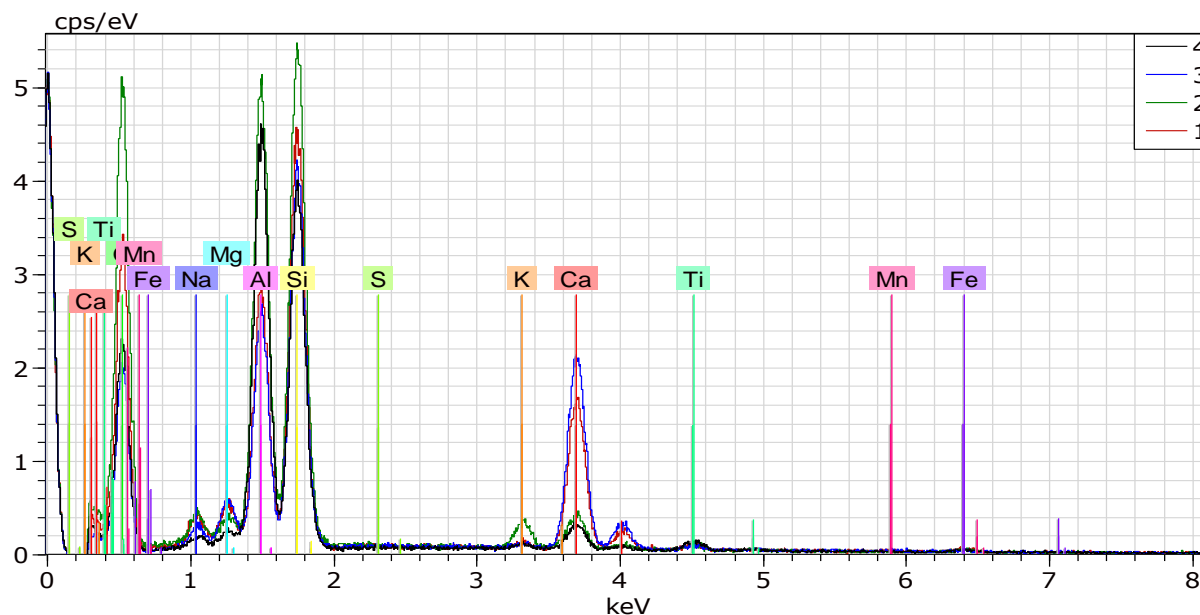
4.4.1. Průběh sušení vzorků 4. série v závislosti hmotnosti na čase

Ze začátku sušení probíhalo poměrně rychle, ke konci se s časem hmotnost snižovala pomalu. V průběhu sušení vzorků, se hmotnost při měření nepatrně zvýšila, hlavním důvodem je značné hyroskopické chování materiálu (důvodem zvýšené hmotnosti může být vyšší vlhkost vzduchu v laboratoři). Doba sušení byla něco málo přes 23 hodin.

4.4.2. SEM a EDX rozbor vysušených vzorků 4. série



Obr. 28. SEM vzorku geopolymery 4. série po hodnocení vyluhovatelnosti. Ze snímku je patrné, že se jednalo o kompaktní materiál.



Graf. 4. Energetické spektrum EDX prvků vzorku 4. série.

Tab. 10. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vzorku 4. série.

Hmotnostní podíly jednotlivých prvků 4. série											
Prvek	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	S	Mn	Fe
ø hodnota [%]	48,94	1,85	1,86	16,64	19,63	0,68	8,72	0,59	0,16	0,28	0,65

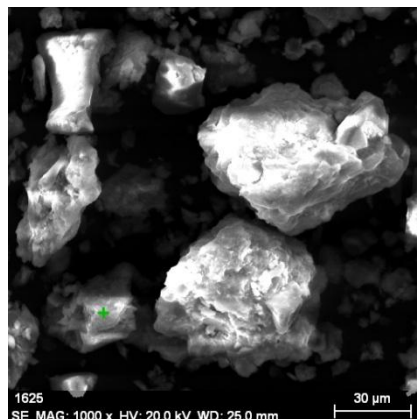
4.5. 5. série

Do 5. série patří 21., 22., 23., 24. a 25. vzorek. Vzorky v 5. sérii, vytvrzované 24 hodin, byly ztuhlé na tolik, že opět nešly vyndat z formy. Vzorky mohly být vyndány až po rozříznutí plastové formy, poté musely být vzorky rozdrceny kladívkem. Rozdíl mezi drcením 4. a 5. série nebyl znatelný. Po přendání do 2l nádoby, zalití 1,5l destilované vody a odstáním po dobu 24 hodin, byla voda nad usazeninou průhlednější než u předchozí série. Vzorky se vařily stejně obtížně jako u předchozí série. Po uvaření vzorků a odstání 24 hodin byla nad usazeninou středně zkalená voda.

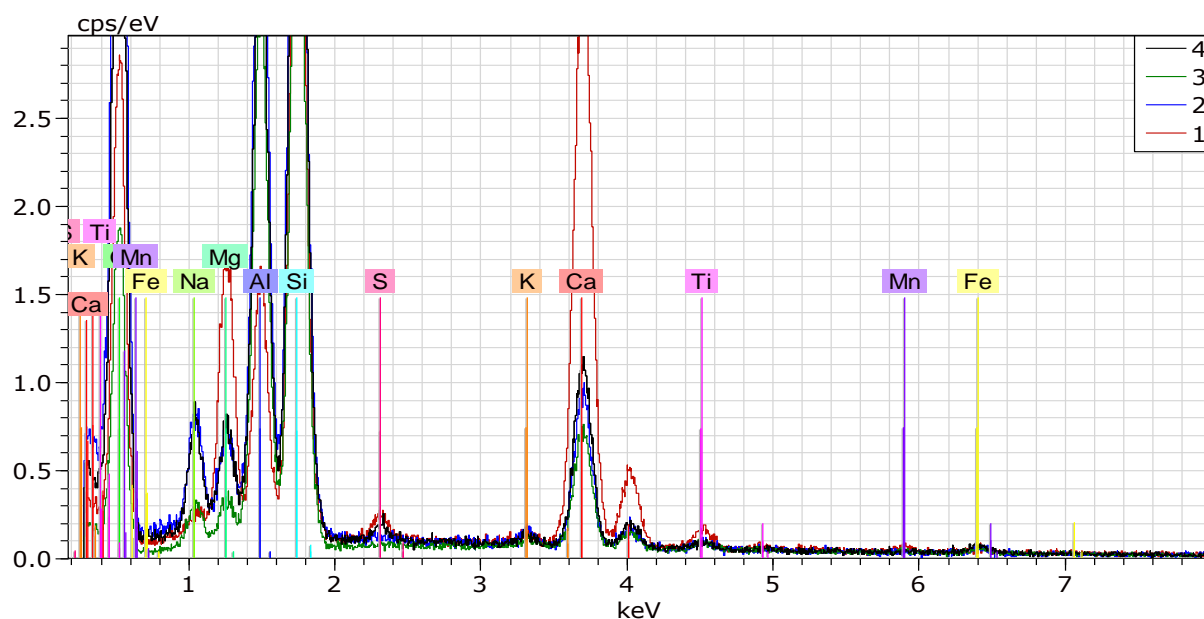
4.5.1. Průběh sušení vzorků 5. série v závislosti hmotnosti na čase

Sušení probíhalo ze začátku rychle, se vzrůstajícím časem hmotnost vzorků klesala jen pozvolna. Celková doba sušení byla necelých 23 hodin.

4.5.2. SEM a EDX rozbor vysušených vzorků 5. série



Obr. 29. SEM vzorku geopolymery 5. série po hodnocení vyluhovatelnosti. Ze snímku je patrné, že se jednalo o kompaktní materiál.



Graf. 5. Energetické spektrum EDX prvků vzorku 5. série.

Tab. 11. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vzorku 5. série.

Hmotnostní podíly jednotlivých prvků 5. série											
Prvek	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	S	Mn	Fe
ø hodnota [%]	46,78	2,89	3,68	13,30	20,62	0,37	10,41	0,54	0,42	0,33	0,64

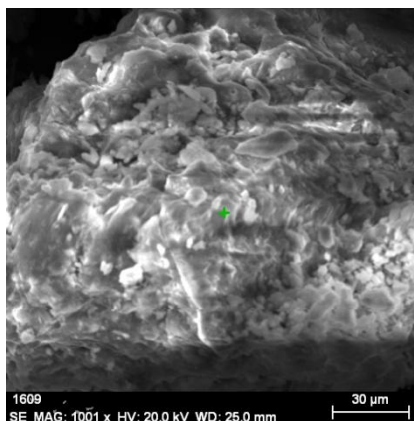
4.6. 6. série

Do 6. série patří 26., 27., 28., 29. a 30. vzorek. Vzorky v 6. sérii, vytvrzované 28 hodin, byly opět ztuhlé na tolik, že opět nešly vyndat z formy. Vzorky mohly být vyndány až po rozříznutí plastové formy, poté byly vzorky rozdrceny kladívkem. Rozdíl mezi drcením 5. a 6. série nebyl žádný. Po přendání do 2l nádoby, zalití 1,5l destilované vody a odstáním 24 hodin, byla voda nad usazeninou téměř čirá. Vzorky se vařily stejně obtížně jako u předchozí série. Po uvaření a odstání vzorků po dobu 24 hodin byla nad usazeninou středně zkalená voda.

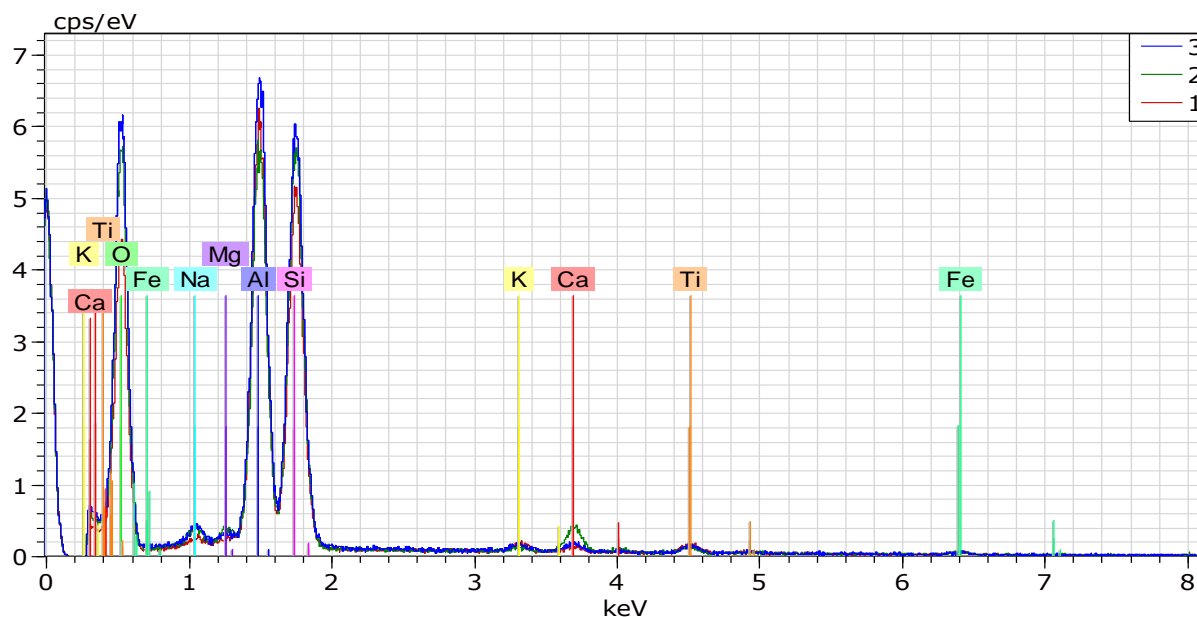
4.6.1. Průběh sušení vzorků 6. série v závislosti hmotnosti na čase

Sušení probíhalo pomalu a hmotnost vzorků klesala pozvolna. V průběhu sušení vzorků, se hmotnost při měření nepatrně zvýšila, hlavním důvodem je velký hyroskopický charakter materiálu (důvodem zvýšené hmotnosti může být vyšší vlhkost vzduchu v laboratoři). Celková doba sušení byla něco málo přes 21 hodin.

4.6.2. SEM a EDX rozbor vysušených vzorků 6. série



Obr. 30. SEM vzorku geopolymery 6. série po hodnocení vyluhovatelnosti. Ze snímku je patrné, že se jednalo o kompaktní materiál.



Graf. 6. Energetické spektrum EDX prvků vzorku 6. série.

Tab. 12. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vzorku 6. série.

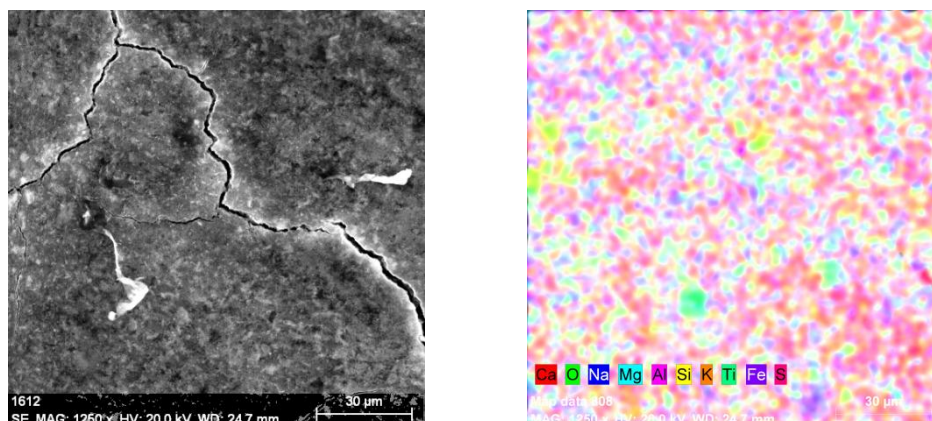
Hmotnostní podíly jednotlivých prvků 6. série									
Prvek	O	Na	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	Fe
ø hodnota [%]	56,37	1,63	0,77	19,88	18,17	0,54	1,11	0,77	0,76

4.7. Porovnávací vzorky

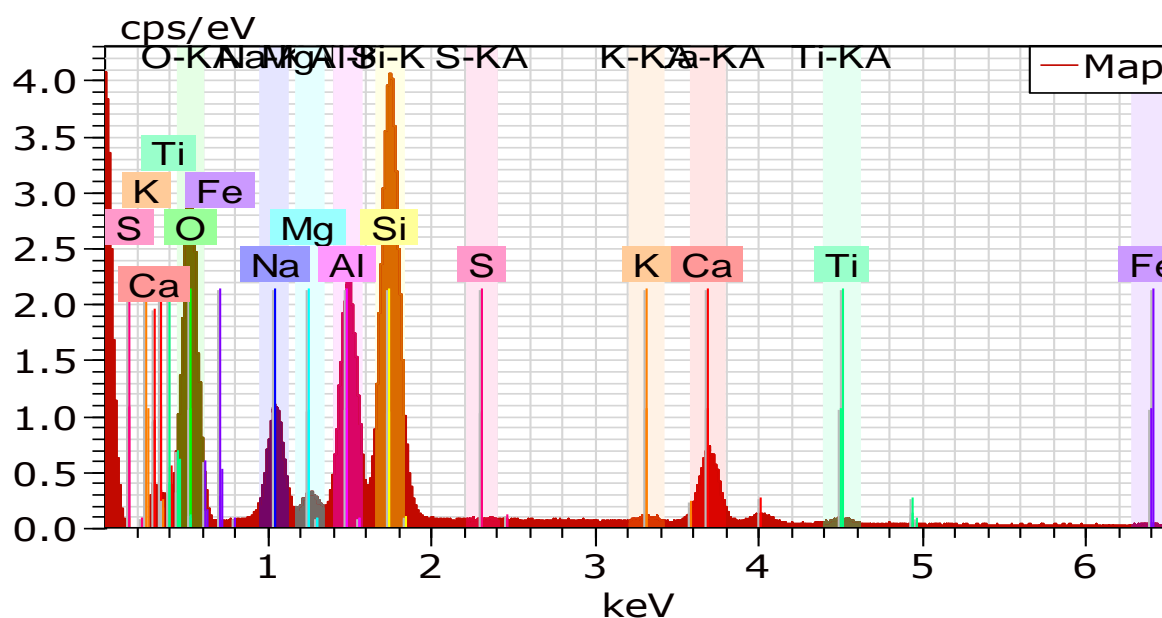
Sušení probíhalo bez problémů a trvalo necelých 168 hodin (necelých 7 dní).

4.7.1. SEM a EDX porovnávacích vzorků

Rastrovací elektronová mikroskopie a EDX analýza byly prováděny na zařízení, které je k dispozici TUL.



Obr. 31. SEM a EDX analýza porovnávacích (standardních) vzorků nevystavených vodnému prostředí.



Graf. 7. Energetické spektrum EDX porovnávacích vzorků.

Tab. 13. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků porovnávacích vzorků.

Hmotnostní podíly jednotlivých prvků porovnávacích vzorků										
Prvek	Ca	Na	Mg	Al	Si	K	Ti	Fe	S	O
Atom. [%]	3,14	7,57	1,22	9,06	14,72	0,20	0,26	0,22	0,09	63,54

hodiny je z důvodu vyloučení značného obsahu vodního skla možné považovat za nedostatečně dlouhou.

Ve 2. sérii, kdy byly vzorky vytvrzovány po dobu 6 hodin, byl úbytek podílu vodního skla výrazně menší, nepřesáhl však hodnotu 90% obsahu vodního skla.

U 3. série, po 10 hodinách vytvrzování vzorků, byl pokles obsahu vyluhovatelných podílů vodního skla na úrovni 82%.

U 4. série, jejíž vzorky byly vytvrzovány po dobu 14 hodin (déle o 4 hodiny než vzorky 3. série) se pokles vyluhovatelných podílů oproti předchozímu měření výrazně nezměnil a byl na úrovni 78%.

Další výraznější pokles nastal u vzorků 5. série, jejichž vytvrzování probíhalo 24 hodin. Pokles obsahu vyluhovatelných podílů vodního skla byl na úrovni 71%.

U vzorků 6. série, které byly vytvrzovány 28 hodin (o 4 hodiny déle než vzorky 5. série), byl pokles opět nevýrazný, na úrovni 69%.

Z těchto výsledků můžeme usoudit, že do doby vytvrzování 10 hodin je úbytek vyluhovatelných podílů vodního skla významný a rychlý, po této době klesá pomaleji. Teprve po delších časových úsecích vytvrzování - znatelný pokles nastává až po dalších 10 hodinách - je patrný pokles vyluhovatelnosti.

Po 28 hodinách vytvrzování geopolymerních vzorků byl naměřen podíl vodou vyluhovatelných částic na úrovni 69%.

Pro celkové hodnocení průběhu chování geopolymerních materiálů ve vodném prostředí je podstatné srovnání množství vypařené vody z vodního skla a vody vysušené z porovnávacích vzorků. Bylo zjištěno, že toto množství je přibližně stejné (liší se v řádu desetin gramů). – viz. tabulka *Tab. 14*. Při vytvrzování nedochází k vylučování jiných sloučenin než vody.

Odchyłka může být způsobena nedokonalým usušením vodního skla. Z časových důvodů mohlo být vodní sklo sušeno jen 9 dní.

Tab. 14. Porovnání vyloučené vody z vodního skla a porovnávacích vzorků.

Č. porovnávacího vzorku	Úbytková hmotnost vzorku	Hmotnost vody ve vodním skle ve vzorku
	m[g]	m[g]
1	8,921	8,185
2	8, 910	8,301

Na základě provedených experimentů je možné formulovat následující závěry:

- doba vytvrzování geopolymerní směsi (kompozitu) v délce trvání jeden den je nedostatečná, protože po vystavení vzorků vodnému prostředí se může vyloučit až 70% částic (vodního skla), obsah vyluhovatelných podílů je tedy na vysoké úrovni a z hlediska technické praxe je takovýto materiál možné považovat za nevhodný,
- na obsah vyluhovatelných podílů mají mimo času vliv i jiné parametry jako jsou: typ použitého geopolymery a aktivátoru, typ a množství použitého ostřiva (obecně plniva), druh vodného prostředí a samozřejmě i teplota vytvrzování geopolymerních materiálů,
- ke zjištění minimálního množství vyluhovatelných podílů bylo by vhodné provést další experimenty vytvrzování s delšími časovými intervaly a za různých teplot, nejen při laboratorní teplotě, tak jako tomu bylo v této bakalářské práci.

6. Seznam obrázků a tabulek

6.1. Obrázky

Obr. 1. Příklady polysialátů a schéma jejich molekulární struktury [1].

Obr. 2. Zesíťované řetězce geopolymery [4].

Obr. 3. Zobrazení molekulární struktury hlinitokřemičitanů užívaných jako prekurzor v procesu geopolymerizace [1].

Obr. 4. Chemické reakce probíhající během vzniku polysialátů [1, 2].

Obr. 5. Chemické reakce probíhající během vzniku poly (siloxo-sialátů) [1, 2].

Obr. 6. Přehled geopolymerních kompozitů [1].

Obr. 7. Ohni odolný dřevo-geopolymerní panel (struktura) [6].

Obr. 8. Ohni odolný dřevo-geopolymerní panel [1, 6].

Obr. 9. Francouzské stíhací letadlo Rafale [1, 6].

Obr. 10. Kompozit uhlíko-epoxidový (vlevo) hoří, zatímco kompozit uhlíkovo-geopolymerní (vpravo) stále odolává teplotě 1200°C, test odolnosti vůči vznícení [1, 6].

Obr. 11. "The Eagle" závodní vůz, který jezdil v americké závodní lize C.A.R.T. v roce 1999 [1, 6].

Obr. 12. Betonový nosník s uloženou vrstvou geopolymerního kompozitu na povrchu před pevnostní zkouškou [1, 6].

Obr. 13. Složky BAUCISu: Cement LI60 (vlevo), Pojivo LI60 – alkalický aktivátor (vpravo).

Obr. 14. Ostřivo - pálený lupek A111.

Obr. 15. Malá válcová forma.

Obr. 16. Velká válcová forma.

Obr. 17. Míchání geopolymerní matrice (BAUCIS).

Obr. 18. Postup přípravy geopolymerního kompozitu.

Obr. 19. Plnění a formování geopolymerního kompozitu.

Obr. 20. Vibrační zařízení.

Obr. 21. Postup experimentu (zleva): Tuhnutí vzorků ve formách – zastavení procesu geopolymerace převedením do vodního prostředí – odměrný válec - vyluhování ve vodě – odčerpávání vývěvou – vaření v destilované vodě – sušení – odříznutá nádoba – vysušený vzorek.

Obr. 22. Porovnávací vzorky: sušárna – vzorky ve formě - vzorky v sušárně – vzorky při vážení – konstantní hmotnost vzorků.

- Obr. 23. Sušení vodního skla: v sušárně – při vážení v průběhu sušení – vysušené vodní sklo.*
- Obr. 24. SEM vzorku geopolymery 1. série po hodnocení vyluhovatelnosti. Ze snímku je patrné, že se jednalo o nekompaktní materiál.*
- Obr. 25. SEM vzorku geopolymery 2. série po hodnocení vyluhovatelnosti. Ze snímku je patrné, že se stále jednalo o víceméně nekompaktní materiál.*
- Obr. 26. Rozbíjení vzorků (vlevo); rozbitá kádinka (vpravo).*
- Obr. 27. SEM vzorku geopolymery 3. série po hodnocení vyluhovatelnosti. Ze snímku je patrné, že se již jednalo o kompaktní materiál.*
- Obr. 28. SEM vzorku geopolymery 4. série po hodnocení vyluhovatelnosti. Ze snímku je patrné, že se jednalo o kompaktní materiál.*
- Obr. 29. SEM vzorku geopolymery 5. série po hodnocení vyluhovatelnosti. Ze snímku je patrné, že se jednalo o kompaktní materiál.*
- Obr. 30. SEM vzorku geopolymery 6. série po hodnocení vyluhovatelnosti. Ze snímku je patrné, že se jednalo o kompaktní materiál.*
- Obr. 31. SEM a EDX analýza porovnávacích (standardních) vzorků nevystavených vodnému prostředí.*
- Obr. 32. SEM a EDX povrchu vytvrzeného BAUCISu při 60° C.*
- Obr. 33. SEM plniva A111.*

6.2. Tabulky

- Tab. 1. Základní obecné vlastnosti geopolymery [1].*
- Tab. 2. Tabulka složení a vlastností částic A111.*
- Tab. 3. Výsledné složení geopolymerního kompozitu.*
- Tab. 4. Výsledky hodnocení jednotlivých sérií vzorků.*
- Tab. 5. Výsledky sušení vodního skla (aktivátor pro BAUCIS).*
- Tab. 6. Výsledky hodnocení porovnávacích vzorků.*
- Tab. 7. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vzorku 1. série.*
- Tab. 8. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vzorku 2. série.*
- Tab. 9. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vzorku 3. série.*
- Tab. 10. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vzorku 4. série.*
- Tab. 11. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vzorku 5. série.*
- Tab. 12. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vzorku 6. série.*
- Tab. 13. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků porovnávacích vzorků.*
- Tab. 14. Porovnání vyloučené vody z vodního skla a porovnávacích vzorků.*

Tab. 15. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vytvrzeného BAUCISu při 60° C.

Tab. 16. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků plniva A111.

Tab. 17. Rozvrh experimentu.

6.3. Grafy

Graf. 1. Energetické spektrum EDX prvků vzorku 1. série.

Graf. 2. Energetické spektrum EDX prvků vzorku 2. série.

Graf. 3. Energetické spektrum EDX prvků vzorku 3. série.

Graf. 4. Energetické spektrum EDX prvků vzorku 4. série.

Graf. 5. Energetické spektrum EDX prvků vzorku 5. série.

Graf. 6. Energetické spektrum EDX prvků vzorku 6. série.

Graf. 7. Energetické spektrum EDX porovnávacích vzorků.

Graf. 8. Závislost obsahu vodou extrahovatelných podílů v geopolymerních kompozitech na čase.

Graf. 9. Energetické spektrum EDX vytvrzeného BAUCISu při 60° C.

Graf. 10. Energetické spektrum EDX plniva A111.

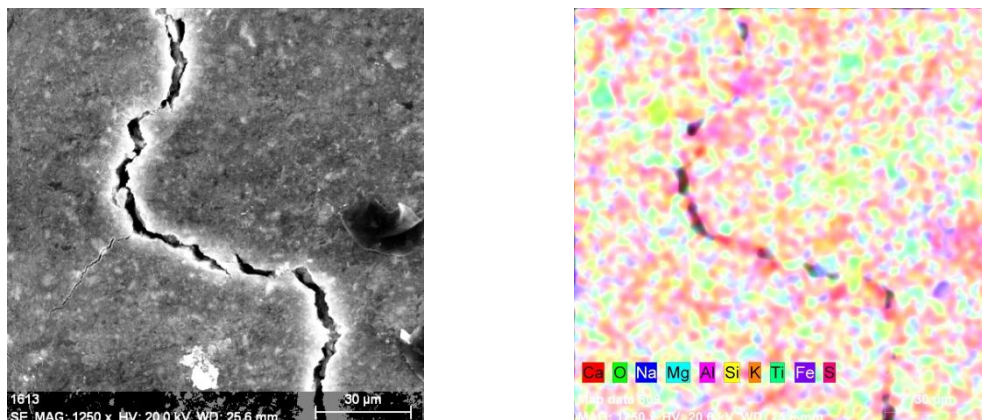
7. Použitá literatura

- [1] JASZICEK, M. Hodnocení fyzikálních vlastností kompozitních systém s geopolymerní maticí. Diplomová práce TUL, 2009.
- [2] DAVIDOVITS, J. Geopolymer of Chemistry and Properties. Geopolymer '88, Vol.1, pp. 25-48
- [3] URL < <http://cs.wikipedia.org/wiki/Geopolymer> > online [20. 12. 2011]
- [4] Joseph Davidovits. Chemistry of geopolymeric systems, terminology, Géopolymère'99 Proceedings, pp. 9-40
- [5] Karel Daďourek. Kompozitní materiály - druhy a jejich užití. TUL 2007
- [6] Joseph Davidovits. 30 Years of Successes and Failures in Geopolymer Applications. Market Trends and Potential Breakthroughs. Geopolymer 2002 Conference, October 28-29, 2002, Melbourne, Australia
- [7] URL < <http://www.claypolymers.com/cz/clay-polymer/vyuziti.html> > online [30. 12. 2011]

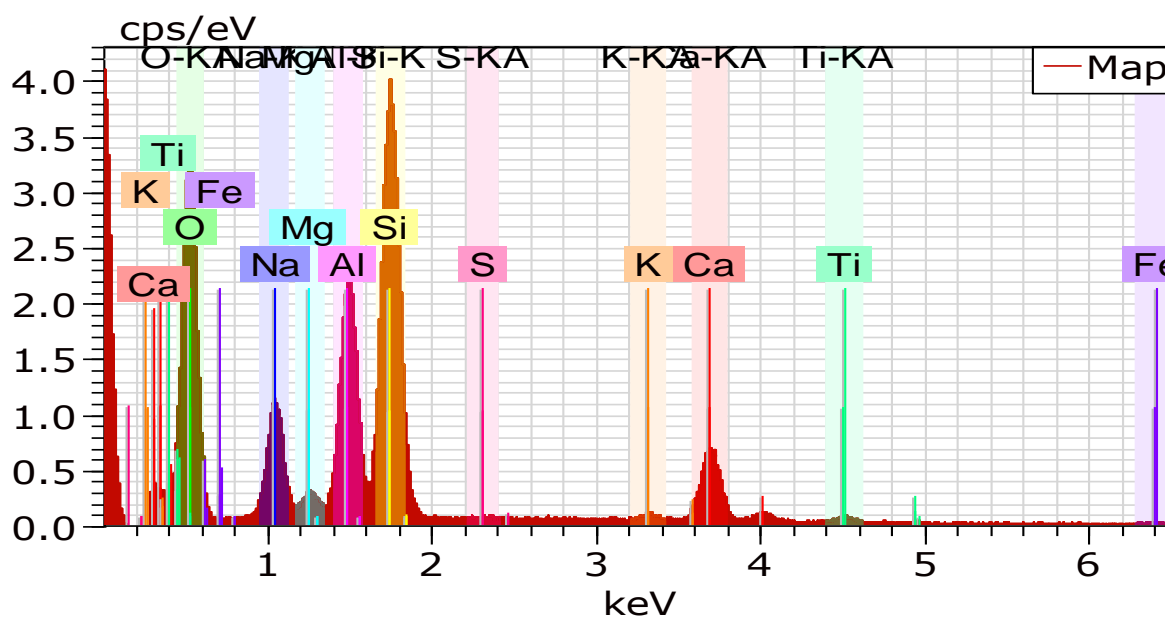
8. Přílohy

V kapitole č. 8 se nachází všechny dodatečné obrázky, grafy a tabulky k výsledkům této práce.

8.1. SEM a EDX vytvrzeného BAUCISu při 60° C



Obr. 32. SEM a EDX povrchu vytvrzeného BAUCISu při 60° C.



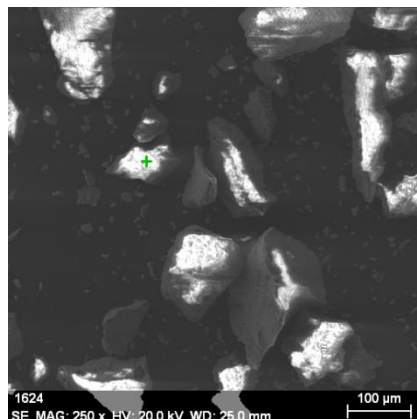
Graf. 9. Energetické spektrum EDX vytvrzeného BAUCISu při 60° C.

Tab. 15. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vytvrzeného BAUCISu při 60° C.

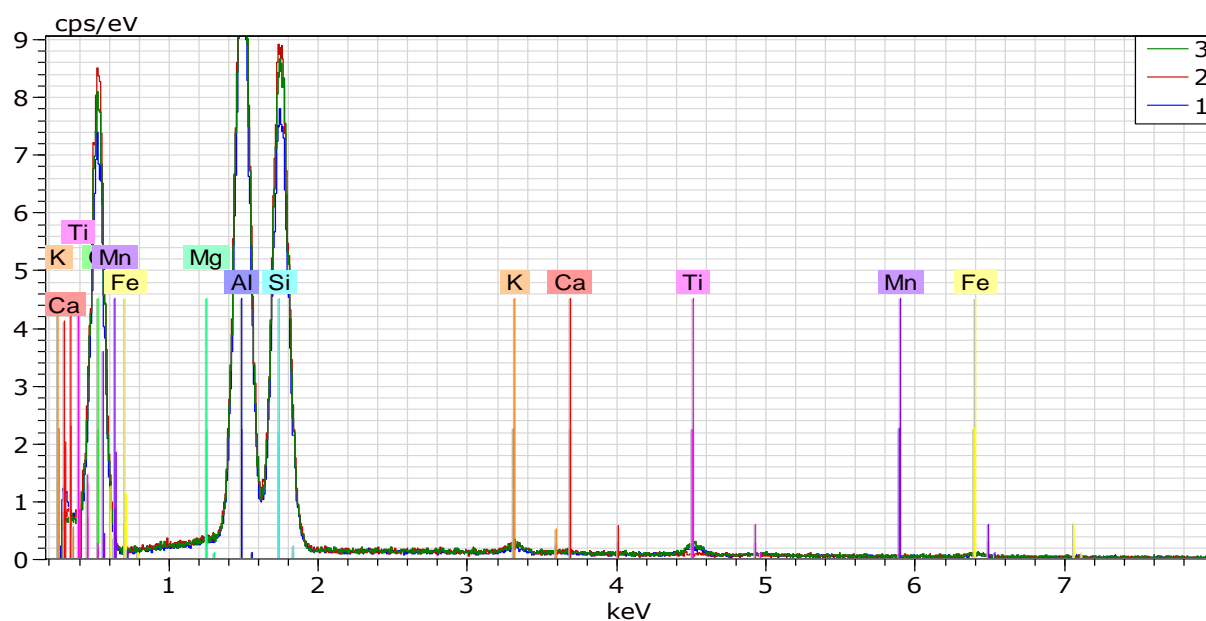
Hmotnostní podíly jednotlivých prvků vytvrzeného BAUCISu při 60° C										
Prvek	Ca	Na	Mg	Al	Si	K	Ti	Fe	S	O
Atom. [%]	3,19	7,61	1,18	8,96	13,91	0,22	0,22	0,22	0,09	64,41

8.2. SEM a EDX plniva A111

Rozbor byl prováděn v laboratořích TUL. Slouží k porovnání s materiálovým listem od výrobce.



Obr. 33. SEM plniva A111.



Graf. 10. Energetické spektrum EDX plniva A111.

Tab. 16. Hmotnostní podíly jednotlivých prvků plniva A111.

Hmotnostní podíly jednotlivých prvků plniva A111									
Prvek	O	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	Mn	Fe
ø hodnota [%]	56,79	0,65	22,35	18,27	0,43	0,15	0,59	0,18	0,59

8.3. Rozvrh experimentu

Viz. tabulka Tab. 17 na další straně.